

JP 355020277 A

FEB 1980

21384C/12 FUJITSU LTD 31.07.78-JA-093818 (13.02.80) C03b-37 G02b-05/17 Light transmission glass prodn. - by vitrification of oxide powder formed by hydrolysis of atomised halogen cpds. with water vapour	L01 R21 FUIT 31.07.78 *J5 5020-277	L(1-A3C, 1-A4, 1-A5, 1-A7A, 1-L5).
<p>In the mfr. of a light transmitting glass, e.g. a phosphoric acid series glass from P_2O_5, Ga_2O_3, GeO_2 and SiO_2 as main components, a halogenated cpd. e.g. $POCl_3$, etc. in the atomised state is added to a carrier gas, e.g. O_2 gas, etc. then the carrier gas is fed to a reactor with water vapour and heated to cause a hydrolysis reaction and formation of oxide powder. The oxide powder thus obtd. is collected on a support and heated to vitrify the powder.</p> <p>The oxide powder has a larger grain size than that obtd. in a flame hydrolysis process where raw materials in gaseous state are carried along for reaction, because halogenated cpd. is carried along in liquid droplet form to the reactor for hydrolysis. Thus the oxides powder is less scattered during the collecting operation, raising the efficiency of collection for the oxides powder. The method is applicable not only to the phosphoric acid series glass but also to the quartz series glass and gives oxide powder of stable compsn. (4pp117).</p>		193
		J55020277

65/17.4
65/413

R.L.

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55-20277

⑤ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和55年(1980)2月13日

C 03 B 37/00

7730-4G

G 02 B 5/172

7529-2H

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ 光伝送体用ガラスの製造法

川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

⑮ 特 願 昭53-93818

⑯ 出 願 人 富士通株式会社

⑰ 出 願 昭53(1978)7月31日

川崎市中原区上小田中1015番地

⑱ 発 明 者 赤松武志

⑲ 代 理 人 弁理士 井桁貞一

明 細 書

1. 発明の名称

光伝送体用ガラスの製造法

2. 特許請求の範囲

光伝送体用ガラスを製造する工程において、キヤリアガスに原料であるハロゲン化合物を霧状の状態で担持させ、該ハロゲン化合物を担持せるキヤリアガスを水蒸気と共に反応器に導入して加熱することにより該反応器内で加水分解反応を起こさせて酸化物粉末を生成させ、該酸化物粉末を支持体上に集め、しかる後集めた粉末を加熱してガラス化することを特徴とする光伝送体用ガラスの製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は光伝送体用ガラスの材料である酸化物粉末の組成を安定にした状態で収率良く製造し、該酸化物をガラス化する方法に関するものである。一般に五酸化りん(P₂O₅)、酸化ガリウム(Ga₂O₃)、酸化ゲルマニウム(GeO₂)または酸化ケイ素(SiO₂)を主成分とするりん酸系ガラス

は、原料となる上記の酸化物を、それぞれ、りん、ガリウム、ゲルマニウムまたはシリコンの塩化物の形から気相化学反応によつて生成させると高純度のものが得られるので、光学ガラスとして適している。また上記のりん酸系ガラスは、約1400℃の温度でガラス化し、石英を侵蝕するアルカリ金属酸化物を含有しないので、ガラス化のための溶融を石英のつぼを用いて行なつてもるつぼの損傷の恐れがない等の利点を有し、光伝送用ファイバの原料として優れた特徴を有している。

このような酸化物スートを得る方法として従来から第1図に示すような火炎加水分解法が用いられている。図は上記した酸化物スートを生成するための配管系統の略図及び火炎加水分解用の三直バーナの概略図を示している。図において、オキシ塩化りん(POC₂)が収容されている蒸発器1にアルゴンガス供給管2の供給バルブ3を開いて、アルゴンガスを所定量供給して該アルゴンガスにPOC₂を担持させる。また三塩化ガリウム(GaCl₃)が収容されている蒸発器4にア

ルゴンガス供給管5の供給バルブ6を開いてアルゴンガスを所定量供給して該アルゴンガスにGaC#8を担持させる。このとき四塩化ゲルマニウム(GeC#4)または四塩化シリコン(SiC#4)が収容されている蒸発器7に通ずるアルゴンガス供給管8の供給バルブ9は閉じておく、このようにしてPOC#3およびGaC#8のようなハロゲン化合物を担持させたアルゴンガスを三重石英バーナ10の導入口11に導き、酸素ガス供給管12より三重石英バーナの導入口18に導かれた酸素ガスと火炎加水分解反応を効率よく行わせるために混合させて三重石英バーナ10の下部Aに導くとともに、酸素ガス供給管12より三重石英バーナ10の導入口14に酸素ガスを導く。また水素ガス供給管15より三重石英バーナ10の導入口16に水素ガスを供給し、戻水素ガス及び酸素ガスを三重石英バーナの下部Bに導いて、上記したGaC#8、POC#3を担持したアルゴンガス及び酸素ガスと共に火炎加水分解反応を起こさせて、りんとガリウムの複合酸化物であるGeP#07

シリコンの複合酸化物スートSiP#07をガラスファイバのコア部及びクラッド層として、それぞれ必要な屈折率が得られるように秤取して二重石英のつぼ中に混合した後、加熱してガラス化してからガラスファイバを得ていた。

しかしこのような火炎加水分解法で上記の複合酸化物を収率よくかつ複合酸化物の組成が一定になるように製造するためには、火炎の温度及び原料ガスの流量を一定の値に制御する必要がある。しかし石英バーナの先端が上記の酸化物粉にGeP#04によつて目づまりを起こすため、原料ガス流量の制御が困難であり、また火炎の温度の制御も困難である等の欠点があつた。また生成された酸化物スートは微粒子状態で飛散し易く収集が困難で収集効率が悪い等の問題点もあつた。

本発明は上述した欠点を除去するもので、^{粉末}酸化物光伝送体用ガラスの材料である酸化物^{粉末}を製造する場合において、原料とするハロゲン化合物が収容されている容器の中上記ハロゲン化合物を薄状の形で担持させたキャリアガスと水蒸気

特開昭55-20277(公)
PO4を得て収集容器17に収集していた。次に収集容器17を他の収集容器に交換して、アルゴンガス供給管2の供給バルブ8を開いてPOC#3が収容されている蒸発器1にアルゴンガスを導き該アルゴンガスにPOC#3を担持させる。同時にアルゴンガス供給管8の供給バルブ9を開き、GeC#4またはSiC#4が収容されている蒸発器7にアルゴンガスを導き、アルゴンガスにGeC#4またはSiC#4を担持させる。この時GaC#8の蒸発器4に通じるアルゴンガスの供給管5の供給バルブ6は閉じておく。このようにPOC#3を担持したアルゴンガスを三重石英バーナ10の導入口11に導き、前述と同様にバーナの先端部で火炎加水分解反応を起こさせて、りんとゲルマニウムの複合酸化物スート(GeP#07)またはりんとシリコンの複合酸化物スート(SiP#07)を収集容器に収集する。

このようにして得られたりんとガリウムの複合酸化物スートGeP#04及びりんとゲルマニウムの複合酸化物スートGeP#07またはりんとシ

とを共に加熱した反応器内に送入し、該反応器内で加水分解反応を起こさせて酸化物^{粉末}を生成する。このようにして生成した酸化物^{粉末}を加熱してガラス化する新規な光伝送体用ガラスの製造法を提供せんとするものである。

以下図面を用いて本発明の一実施例につき詳細に説明する。

第2図は本発明に係る製造法の一実施例に用いる装置の説明図で、図においてPOC#3を収容した蒸発器21のPOC#3中に両端開口の石英細管22を挿入する。該石英細管22がしぼられた上部開口端Aに、先端が絞られた酸素ガス供給用細管28から酸素ガスを流進を逐めて供給する。このようにすると前記した石英細管の上部開口端の近傍が減圧状態となり、容器内の原料塩化物が石英細管の上部開口端に運ばれる。この運ばれた塩化物が前記した高速のキャリアガスである酸素ガスによつて薄状となつて反応管24内に送入される。図面の都合上省略したがPOC#3を収容した容器及び容器内に挿入した石英細管と同様な

GaC 11, GeC 14, SiC 14 を収容する
容器及び石英細管が同じ様に設置され、やはり石
英細管の上部開口端に高速のキャリアガスである
酸素ガスを吹きつけ、GaC 11 と GeC 14 と
SiC 14 とが霧状となつて POC 11 と共に反
応管 24 中に送入される。

また同時に酸素ガス等のキャリアガスを酸素ガ
ス供給管 25 から蒸発器 26 中に供給する。蒸発
器 26 中には純水が収容されヒータ 27 によつて
加熱されるので上記酸素等のキャリアガスは水蒸
気を担持する。このように水蒸気を担持せる酸素
ガスを水蒸気導入管 28 より反応管 24 内に導入
する。このように導入した水蒸気は反応管 24 内
において水蒸気導入管 28 に開けられたノズル 29
によつて霧状になつて噴出する。この反応管は加
熱炉 80 によつて約 1200℃ 位の温度に加熱さ
れる。このようにして反応管内に霧状になつて送
入された原料塩化物、水蒸気が加熱されて加水分
解反応によつて、りん、ガリウム、ゲルマニウム、
シリコンの酸化物粉体が混合された状態で生成さ

れる。このようにして生成された酸化物粉体は反
応管の先端部を絞り、かつキャリアガスである酸
素ガスの流速を遅めることで回転上昇機構を有す
る石英芯棒 81 の先端部に収集される。石英芯棒
81 の周囲にはヒータ 82 が設置されている。こ
のヒータによつて芯棒 81 の先端に堆積した酸化
物粉体は回転上昇することによつて上記ヒータで
加熱溶解されてガラス化する。図において 34 は
芯棒 81 の先端に堆積した酸化物粉体を示し、88
はヒータ 82 によつて酸化物粉体が加熱されてガ
ラス状となつた状態を示す。

このようにして形成される酸化物粉体は、原料
であるハロゲン化合物が液滴の形で運ばれて加水
分解するので、火炎加水分解反応のように原料が
ガス状の形で運ばれて反応するスートよりも粒子
径の大きい酸化物粉体が得られるので、収集時に
飛散することが少なくなり、そのため酸化物の収
集効率が向上する。

本実施例ではりん酸系ガラスに例をとつて説明
したが、石英系のガラスにも適用できるのはもち

ろんである。

また火炎加水分解反応のように生成される酸化
物スートによるバーナの目づまりによつて原料塩
化物の流量が変動して、生成された酸化物の組成
が変動する恐れもなくなるので、組成の安定した
酸化物が得られる。

また加熱炉の温度制御が精度よく行われるので
反応時の温度が安定し反応が安定して進むので、
生成された酸化物の組成も安定したものが得られ
るという利点を生じる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は従来の火炎加水分解反応法による酸化
物の製造装置の概略図で、第2図は本発明に係る
酸化物の製造装置ならびに該酸化物をガラス化す
る製造装置の概略図である。

1: POC 11 蒸発器、2: アルゴンガス供給
管、3: 供給バルブ、4: GaC 11 蒸発器、5:
アルゴンガス供給管、6: 供給バルブ、7: G
eC 14 または SiC 14 蒸発器、8: アルゴン
ガス供給管、9: 供給バルブ、10: 三重石英バ

ーナ、11: 導入口、12: 酸素ガス供給管、
13: 導入口、14: 導入口、15: 水蒸気ガ
ス供給管、16: 導入口、17: 収集容器、21: P
OC 11 蒸発器、22: 石英細管、23: 酸素ガ
ス供給管、24: 反応管、25: 酸素ガス供給管、
26: 蒸発器、27: 加熱ヒータ、28: 水蒸気
導入管、29: ノズル、80: 加熱炉、81: 石
英芯棒、82: ヒータ、88: ガラス化した酸化
物、84: 堆積した酸化物スート。

代 理 人 弁 理 士 井 村 貞 一

図 面

第 2 図

第 1 図

